

(19)

(11) Publication number: **10040857 A**

Generated Document.

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(21) Application number: **08193355**

(51) Intl. Cl.: **H01J 49/26 G01N 27/62**
H01J 49/04 H01J 49/10

(22) Application date: **23.07.96**

(30) Priority:

(43) Date of application publication: **13.02.98**

(84) Designated contracting states:

(71) Applicant: **YOKOGAWA ANALYTICAL SYST KK**

(72) Inventor: **SAKATA KENICHI**
SAGAWA HITOSHI
YAMANAKA KAZUO

(74) Representative:

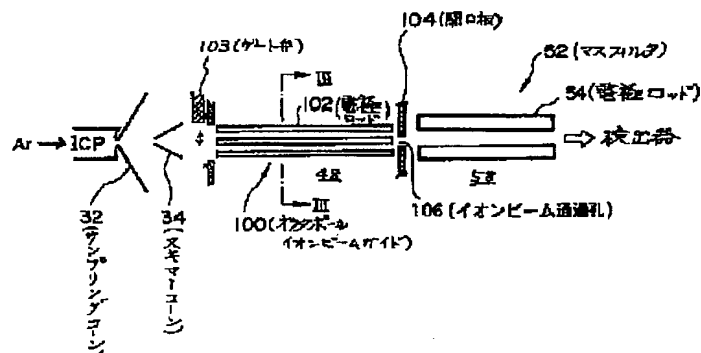
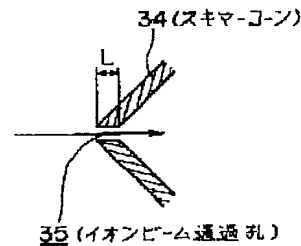
(54) INDUCTIVELY COUPLED PLASMA MASS ANALYZING DEVICE

(57) Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To lower the detection limit for an object element to be measured, by reducing the size of an ion beam passing hole which divides an ion lens part and a mass selecting part, and lowering a vacuum degree, between a skimmer cone and an opening plate, by a gas introduced from a sampling cone.

SOLUTION: The downstream side of the skimmer cone 34 of an ion lens part, and a mass selecting part on which a mass filter 52 is provided, are divided by an opening plate 104. A vacuum degree, between the skimmer cone 34 and the opening plate 104, is lowered by about 1×10^{-3} Torr, by reducing the size of the ion beam passing hole 106 of the opening plate 104, and by gas (e.g. Ar) introduced from a sampling cone 32. Consequently, the number of ions related to argon such as ArCl, ArO, and Ar₂, infiltrating into the mass filter 52 side by the lowering of the vacuum degree, can be reduced, for lowering the detection limit of a object element to be measured such as Fe, As, and Se.

COPYRIGHT: (C)1998,JPO



BEST AVAILABLE COPY

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-40857

(43) 公開日 平成10年(1998) 2月13日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
H 0 1 J 49/26			H 0 1 J 49/26	
G 0 1 N 27/62			G 0 1 N 27/62	B
H 0 1 J 49/04			H 0 1 J 49/04	
49/10			49/10	

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 6 頁)

(21) 出願番号 特願平8-193355

(22) 出願日 平成 8 年(1996) 7 月23日

(71) 出願人 392016317

横河アナリティカルシステムズ株式会社
東京都武蔵野市中町1丁目15番5号 三鷹
高木ビル

(72) 発明者 阪田 健一

東京都武蔵野市中町一丁目15番5号 三鷹
高木ビル 横河アナリティカルシステムズ
株式会社内

(72) 発明者 佐川 斉

東京都武蔵野市中町一丁目15番5号 三鷹
高木ビル 横河アナリティカルシステムズ
株式会社内

(74) 代理人 弁理士 高矢 諭 (外2名)

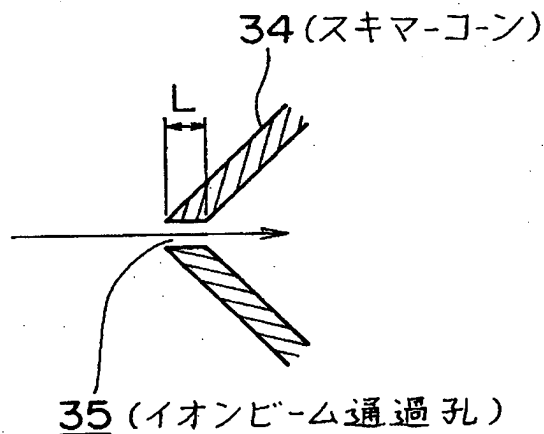
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 誘導結合プラズマ質量分析装置

(57) 【要約】

【課題】 キャリアガス中の成分に起因する分子イオンの影響を低減し、該分子イオンの干渉を受けていた検出対象元素の検出限界を下げる。

【解決手段】 イオンレンズ部40と質量選択部50を区分する開口板104、114のイオンビーム通過孔106、116のサイズを小さくして、キャリアガスにより、スキマーコーン34とゲート弁の間の真空度が低くなるようにする。又は、スキマーコーン34のイオンビーム通過孔35をシリンダ状に形成する。



BEST AVAILABLE COPY

【特許請求の範囲】

【請求項1】試料を霧化して、イオン化部に導入するための試料導入部と、

該試料導入部からキャリアガスと共に運ばれてきた試料中の元素をイオン化するための、トーチを含むイオン化部と、

大気圧下の該イオン部でイオン化された元素をサンプリングして、真空下のイオンレンズ部に導入するための、サンプリングコーン及びスキマーコーンを含むインターフェース部と、

該インターフェース部を通過したイオンを収束するためのイオンレンズ部と、

該イオンレンズ部から導入されるイオンを、測定質量数毎に分けるための、マスフィルタを含む質量選択部と、該質量選択部を通過してきた測定質量数のイオンを計数する検出部とを備え、

前記イオンレンズ部と質量選択部を区分する開口板のイオンビーム通過孔のサイズを小さくして、サンプリングコーンから導入されるガスにより、前記スキマーコーンと開口板の間の真空度が低くなるようにしたことを特徴とする誘導結合プラズマ質量分析装置。

【請求項2】試料を霧化して、イオン化部に導入するための試料導入部と、

該試料導入部からキャリアガスと共に運ばれてきた試料中の元素をイオン化するための、トーチを含むイオン化部と、

大気圧下の該イオン部でイオン化された元素をサンプリングして、真空下のイオンレンズ部に導入するための、サンプリングコーン及びスキマーコーンを含むインターフェース部と、

該インターフェース部を通過したイオンを収束するためのイオンレンズ部と、

該イオンレンズ部から導入されるイオンを、測定質量数毎に分けるための、マスフィルタを含む質量選択部と、該質量選択部を通過してきた測定質量数のイオンを計数する検出部とを備え、

前記スキマーコーンのイオンビーム通過孔の少なくとも一部を、イオンビーム進行方向に略同一の横断面が続くシリンダ状に形成したことを特徴とする誘導結合プラズマ質量分析装置。

【請求項3】請求項2において、前記シリンダの、略同一横断面が続くイオンビーム進行方向長さを、0.5mm以上としたことを特徴とする誘導結合プラズマ質量分析装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、誘導結合プラズマ質量分析装置に係り、特に、簡単な構成で、測定に有害な分子イオンの影響を低減して、測定対象元素の検出限界を下げる事が可能な誘導結合プラズマ質量分析装置

に関する。

【0002】

【従来の技術】近年、発光分析の光源に用いられている誘導結合プラズマを、質量分析計のイオン源として用いて、溶液中の元素分析をイオンによって行う誘導結合プラズマ質量分析装置が提案されている（例えば特開昭62-26757参照）。

【0003】この誘導結合プラズマ質量分析装置は、例えば、図1に示す如く、溶液状の試料8を霧化してイオン化部20に導入するための、試料8を常時送ると共に、スプレーチャンバ16からの廃液を排出するペリスタルティックポンプ12、該ペリスタルティックポンプ12によってサンプリングされた溶液試料8を霧化するためのネブライザ14、及び、該ネブライザ14によって霧化された粒子の中で細かい粒子だけを選別するスプレーチャンバ16を含む試料導入部10と、前記ネブライザ14にキャリアガス（例えばArガス）を注入するためのガス制御部18と、前記試料導入部10からキャリアガスと共に運ばれてきた試料中の元素をイオン化するための、トーチ22及び該トーチ22の外側に巻かれた誘導コイル24を含むイオン化部20と、前記誘導コイル24に高周波電力を供給してプラズマを生成するためのRF電源26と、大気圧下の前記イオン化部20でイオン化された元素をサンプリングして、高真空下のイオンレンズ部40に導入するための、前記トーチ22内で発生したイオンの運動エネルギーの方向を揃えるためのサンプリングコーン32、及び、該サンプリングコーン32を通過したイオンの一部を通過させるためのスキマーコーン34を含むインターフェース部30と、該インターフェース部30を通過したイオンを収束し、質量分析計部分に導くための、静電イオンレンズを用いた引出し電極42、収束レンズ44、及び、イオンレンズ46を含むイオンレンズ部40と、例えば4本の電極ロッド54で構成された四重極マスフィルタ52を含む質量選択部50と、前記四重極マスフィルタ52を駆動するためのマスフィルタ駆動回路56と、前記質量選択部50を通過してきた測定質量数のイオンを計数するための、例えば2次電子増倍管62を含む検出部60とを備えている。

【0004】図において、70は、前記サンプリングコーン32とスキマーコーン34によって形成されるインターフェースチャンバ38内を真空中に排気するためのロータリポンプ72、前記イオンレンズ部40のイオンレンズチャンバ48内を高真空に排気するためのターボ分子ポンプ74、前記四重極マスフィルタ52と2次電子増倍管62が収められたアナライザチャンバ58内を高真空に排気するためのターボ分子ポンプ76、及び、前記ターボ分子ポンプ74及び76を低真空に排気するためのロータリポンプ78を含んで構成される真空排気系、80は、前記試料導入部10、ガス制御部18、R

F電源26、マスフィルタ駆動回路56、検出部60、真空排気系70等を制御するためのシステムコントローラ、82は、該システムコントローラ80に指示を与えると共に、データ採取や分析データの解析を行うためのパーソナルコンピュータである。

【0005】この誘導結合プラズマ質量分析装置においては、トーチ22にキャリア（Ar）ガスを流し、誘導コイル24に高周波電力をかけることで生成するプラズマの中に、霧状にした試料8を導入し、試料中の元素をイオン化する。このイオンを、サンプリングコーン32とスキマーコーン34から構成されるインターフェース部30を経て、イオンレンズ部40に導入し、更に四重極マスフィルタ52で元素を質量別に検出することによって、殆どどの元素について、検出下限がサブng/L（ppt）レベルまで測定できる、超高感度な元素分析が可能になる。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、従来は、キャリアガス中の成分、例えばアルゴンに起因する分子イオンが多く生成されるため、この分子イオンが干渉する元素の測定においては、バックグラウンドが高く、検出限界を下げるのが困難であるという問題点を有していた。

【0007】このような問題点を解決するべく、スキマーコーンの直後にアルゴンガスや水素ガスを注入して、測定に有害なAr₂、ArOなどの分子イオンの影響を相対的に低減させることも考えられる。しかしながら、配管を追加したり、スキマーコーンの直後にガス注入口を設ける必要があり、構成が複雑化するという問題点がある。

【0008】本発明は、前記従来の問題点を解消するべくなされたもので、簡単な構成で、測定に有害な分子イオンの影響を低減して、測定対象元素の検出限界を下げることを課題とする。

【0009】

【課題を解決するための手段】本願の第1発明は、誘導結合プラズマ質量分析装置において、試料を霧化して、イオン化部に導入するための試料導入部と、該試料導入部からキャリアガスと共に運ばれてきた試料中の元素をイオン化するための、トーチを含むイオン化部と、大気圧下の該イオン部でイオン化された元素をサンプリングして、真空下のイオンレンズ部に導入するための、サンプリングコーン及びスキマーコーンを含むインターフェース部と、該インターフェース部を通過したイオンを収束するためのイオンレンズ部と、該イオンレンズ部から導入されるイオンを、測定質量数毎に分けるための、マスフィルタを含む質量選択部と、該質量選択部を通過してきた測定質量数のイオンを計数する検出部とを備え、前記イオンレンズ部と質量選択部を区分する開口板のイオンビーム通過孔のサイズを小さくして、サンプリング

コーンから導入されるガスにより、前記スキマーコーンと開口板の間の真空度が低くなるようにすることにより、前記課題を解決したものである。

【0010】即ち、前記文献に記載されたように、スキマーコーンの直後に、アルゴンガスや水素ガスを外部から注入するのでは、そのための配管を追加したり、ガス注入口を設ける必要があり、構成が複雑化する。そこで、第1発明では、スキマーコーンの直後からガスを導入する代わりに、前記イオンレンズ部と質量選択部を区分する開口板のイオンビーム通過孔のサイズを小さくして、そのコンダクタンスを小さくし、サンプリングコーンから導入されるガスにより、前記スキマーコーンと開口板の間の真空度が低くなるようにして、スキマーコーンの直後からガスを導入したのと同じ結果が得られるようにしている。

【0011】又、本願の第2発明は、第1発明と同様の誘導結合プラズマ質量分析装置において、前記スキマーコーンのイオンビーム通過孔の少なくとも一部を、イオンビーム進行方向に略同一の横断面が、例えば0.5mm以上続くシリンダ状に形成することによって、前記課題を解決したものである。

【0012】即ち、従来のスキマーコーン34のイオンビーム通過孔35周辺の断面形状は、図2に詳細に示す如く、ナイフエッジ状であり、プラズマ中のアルゴンに起因する分子イオンが質量選択部側に侵入し易かった。そこで第2発明では、図3に示す如く、スキマーコーン34の断面形状をナイフエッジ状から板状に変え、前記イオンビーム通過孔35を、イオンビーム進行方向に略同一の横断面が、例えば長さL=0.5mm以上続くシリンダ状に形成して、スキマーコーン35のプラズマ側（図の左側）に存在する、プラズマ中の例えばアルゴンに起因する分子イオンを、該シリンダ状の部分で低減させるものである。

【0013】

【発明の実施の形態】以下図面を参照して、本発明の実施形態を詳細に説明する。

【0014】第1発明が通用された第1実施形態は、従来と同様の誘導結合プラズマ質量分析装置において、図4に示す如く、スキマーコーン34の下流側とマスフィルタ52が設けられた質量選択部50とを区分している開口板104のイオンビーム通過孔106のサイズを小さくして、該開口板104のコンダクタンスを小さくしたものである。

【0015】これにより、スキマーコーン34と開口板104間の真空度が、キャリアガス（例えばAr）で、 1×10^{-3} torr程度に低くなり、スキマーコーン34の直後からアルゴンガスを導入したのと同じ結果が得られる。

【0016】従って、マスフィルタ52側に侵入する、ArCl、ArO、Ar₂等のアルゴン関連の分子イオ

ンの数が減り、Fe、As、Se等の測定対象元素の検出限界が下がる。

【0017】図において、ICPは誘導結合プラズマ、100は、イオンレンズ部44に配設された、例えば図5に示すように8本の電極ロッド102が、中心線に関して点対称に配置されたオクタボールイオンビームガイド、103は、装置停止時に、オクタボールイオンビームガイド100を含むイオンレンズチャンバ48、及び、マスフィルタ52を含むアナライザチャンバ58を真空に保つためのゲート弁である。

【0018】なお、イオンビームガイドの構成は、オクタボールを用いるものに限定されず、4本の電極ロッドが、中心線に関して点対称に配置されたQボールを用いるものにも、本発明は同様に適用可能である。

【0019】次に、図6を参照して、イオンビーム進行方向に分割されたオクタボールイオンビームガイドを有する誘導結合プラズマ質量分析装置に、同じく第1発明を適用した第2実施形態を説明する。

【0020】この第2実施形態においては、オクタボールイオンビームガイドが、スキマーコーン34側の入側オクタボールイオンビームガイド110と、マスフィルタ52側の出側オクタボールイオンビームガイド112に分割され、例えば入側オクタボールイオンビームガイド112には正電圧、出側オクタボールイオンビームガイド112には負電圧を印加して、良好なイオンの伝達効率を得ることができるようにされている。

【0021】この第2実施形態においては、入側オクタボールイオンビームガイド110と出側オクタボールイオンビームガイド112の間に設けられた、スキマーコーン34に近い方の開口板114のイオンビーム通過孔116のサイズを小さくして、誘導結合プラズマ(ICP)方向からサンプリングコーン32を通して導入されるガスにより、前記スキマーコーン34と開口板114の間の真空度が低くなるようにしている。

【0022】他の点に関しては、下流側の開口板104のイオンビーム通過孔106のサイズが、従来と同様である点を除き、前記第1実施形態と同様であるので、説明は省略する。

【0023】この第2実施形態においても、入側オクタボールイオンビームガイド110と出側オクタボールイオンビームガイド112のいずれか一方、あるいは両者共、Qボールを用いるイオンビームガイドであってもよい。

【0024】次に、第2発明が適用された第3実施形態を詳細に説明する。

【0025】この第3実施形態においては、図1に示した従来と同様の誘導結合プラズマ質量分析装置において、前記スキマーコーン34として、図3に示した如く、断面肉厚が略均一で、そのイオンビーム通過孔35が、イオンビーム進行方向に略同一の横断面が続く円筒

状に形成されたものを用いている。

【0026】前記円筒部のイオンビーム進行方向長さLは、例えば0.5mm以上とすることができる。

【0027】他の点に関しては、前記従来例と同様であるので、説明は省略する。

【0028】本実施形態においては、スキマーコーン34の全厚にわたって、イオンビーム通過孔35を円筒状としているので、加工が容易で、且つ、例えばアルゴンに起因する分子イオンを低減する効果が高い。なお、シリンダ部の形状や長さは、これに限定されず、例えばイオンビーム通過孔35の一部のみをシリンダ状とし、他の部分はテーパ状とすることも可能である。

【0029】

【実施例】本発明の第3実施形態が採用された誘導結合プラズマ質量分析装置において、ArOが干渉するFeの分析を行ったところ、図7に示すような結果が得られた。図から明らかな如く、バックグラウンドを構成するブランクの値が、スキマーコーンにシリンダ状部分を形成した第3実施形態では、シリンダ状部分が存在せず、ナイフエッジ状の従来例に比べて、1/10程度に低減し、測定値のばらつきを示す標準偏差 σ が3倍となる検出限界(3 σ)で約1/10に下げられることが確認できた。

【0030】

【発明の効果】本発明によれば、簡単な構成で、アルゴン等のキャリアガスに起因する分子イオンの影響を低減し、該分子イオンの干渉を受けていた検出対象元素の検出限界を下げるができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】従来の誘導結合プラズマ質量分析装置の一例の構成を示す、一部断面図を含むブロック線図

【図2】前記誘導結合プラズマ質量分析装置で用いられている従来のスキマーコーンのイオンビーム通過孔周辺の断面形状を示す断面図

【図3】本発明に係る誘導結合プラズマ質量分析装置の第3実施形態で用いられているスキマーコーンのイオンビーム通過孔周辺の断面形状を示す断面図

【図4】本発明の第1実施形態におけるイオンレンズ部周辺の構成を示す側面図

【図5】図4のV-V線に沿う横断面図

【図6】本発明の第2実施形態におけるイオンレンズ部周辺の構成を示す側面図

【図7】本発明の第3実施形態における検出限界を従来例と比較して示す図表

【符号の説明】

8…試料

10…試料導入部

20…イオン化部

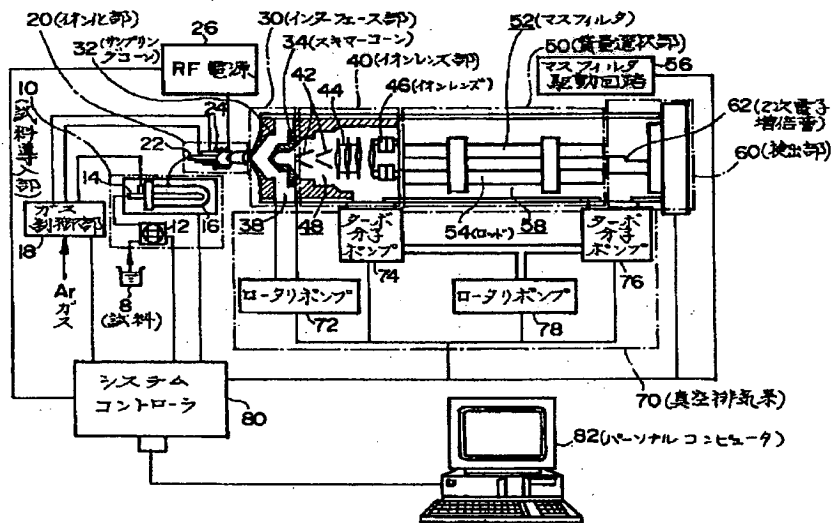
22…トーチ

30…インターフェース部

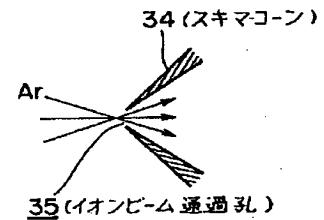
32…サンプリングコーン
34…スキマコーン
35…イオンビーム通過孔
40…イオンレンズ部
50…質量選択部
52…四重極マスフィルタ

60…検出部
62…2次電子増倍管
104、114…開口板
106、116…イオンビーム通過孔
100、110、112…オクタポールイオンビームガイド

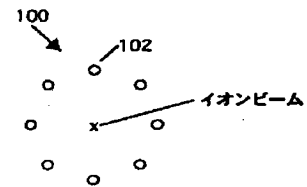
【図1】



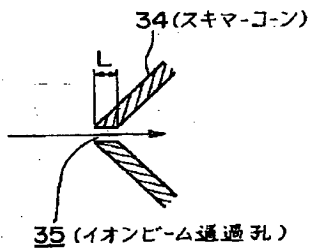
【図2】



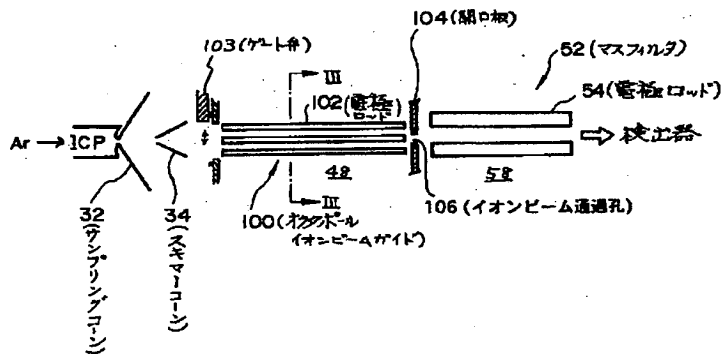
【図3】



【図4】



【図5】

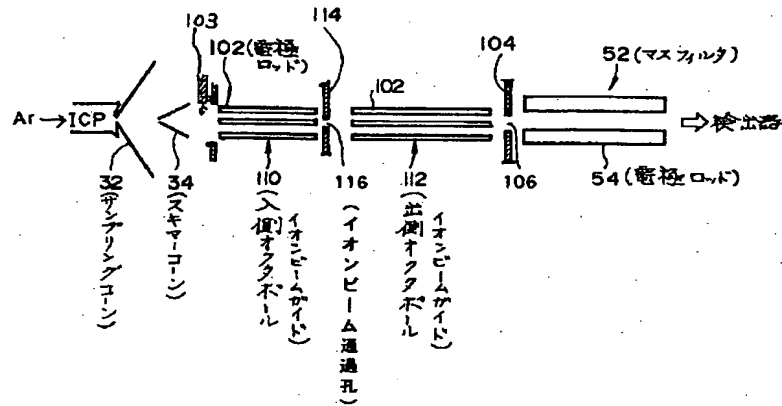


【図6】

	検出限界 (3σ)	ブランクの値
本発明の 第3実施形態	0.86 ppb	13.1 ppb
	0.69 ppb	19.19 ppb
	0.31 ppb	22.29 ppb
	0.25 ppb	15.42 ppb
	0.25 ppb	17.49 ppb
	0.75 ppb	23.57 ppb
従来例 (ナイフエッジ)	8.2 ppb	118 ppb

BEST AVAILABLE COPY

【図6】



フロントページの続き

(72)発明者 山中 一夫
 東京都武蔵野市中町一丁目15番5号 三鷹
 高木ビル 横河アナリティカルシステムズ
 株式会社内

BEST AVAILABLE COPY

THIS PAGE BLANK (USPTO)